

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Patent Application of

BOHM et al

Atty. Ref.: 3747-6

Serial No. To Be Assigned

Group: unknown

Filed: September 25, 2003

Examiner: unknown

For: DEVICE AND METHOD FOR DETECTING SULFURYL  
FLUORIDE

\* \* \* \* \*

September 25, 2003

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

**SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENTS**

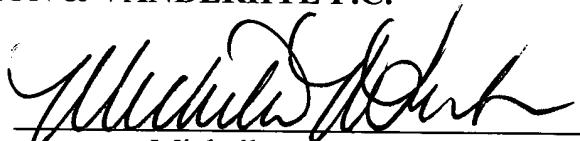
It is respectfully requested that this application be given the benefit of the foreign filing date under the provisions of 35 U.S.C. §119 of the following, a certified copy of which is submitted herewith:

<u>Application No.</u>	<u>Country of Origin</u>	<u>Filed</u>
102 54 748.3-52	GERMANY	23/Nov/2002

Respectfully submitted,

**NIXON & VANDERHYE P.C.**

By:



Michelle N. Lester  
Reg. No. 32,331

MNL:slj

1100 North Glebe Road, 8th Floor  
Arlington, VA 22201-4714  
Telephone: (703) 816-4000  
Facsimile: (703) 816-4100

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 102 54 748.3  
**Anmeldetag:** 23. November 2002  
**Anmelder/Inhaber:** Dräger Safety AG & Co KGaA,  
Lübeck/DE  
**Bezeichnung:** Vorrichtung und Verfahren zum Nachweis  
von Sulfurylfluorid  
**IPC:** G 01 N 31/22

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 23. Januar 2003  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

A handwritten signature in black ink, appearing to read "der Präsident".

A small, handwritten mark or stamp, possibly a signature or a code, located near the bottom right of the page.

## Beschreibung

Dräger Safety AG & Co. KGaA, Revalstraße 1, 23560 Lübeck, DE

5

### Vorrichtung und Verfahren zum Nachweis von Sulfurylfluorid

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 1 und ein Verfahren mit den Merkmalen des Oberbegriffs des  
10 Patentanspruchs 3.

Sulfurylfluorid ( $\text{SO}_2\text{F}_2$ ) wird beispielsweise als Begasungsmittel zur Insektenbekämpfung verwendet. Dabei werden abgedichtete Räume eines Gebäudes mit einer vorgegebenen Einwirkzeit begast. Die Messaufgabe besteht einerseits darin,  
15 Leckagen aufzuspüren, über die das Begasungsmittel entweicht und nach Abschluss der Begasung eine Freimessung durchzuführen.

Zum Nachweis von Sulfurylfluorid sind direkt anzeigende Messgeräte bekannt, bei denen  $\text{SO}_2\text{F}_2$  in einem Pyrolyseofen zersetzt und das entstehende Schwefeldioxyd mit einer Messzelle erfasst wird. Die Nachweisgrenze liegt in einem Bereich zwischen 0 und 50 ppm. Ein derartiges Messgerät wird von der Firma Ansyco, Analytische Systeme und Komponenten GmbH, mit der Produktbezeichnung „GF 1900“ angeboten. Obwohl mit dem bekannten Messgerät sehr niedrige Konzentrationen nachgewiesen werden können, erfordert der elektrisch betriebene Pyrolyseofen ein schweres Akkupaket, wodurch das Messgerät, insbesondere für die Leckagemessung, nur bedingt tragbar ist. Der Pyrolyseofen erfordert zudem einen hohen apparativen Aufwand.  
25

Zum Nachweis von chlorierten Kohlenwasserstoffen ist es zwar aus der  
30 EP 281 938 A1 bekannt, die zu untersuchende Gasprobe zunächst einer Pyrolyse zu unterziehen und das Pyrolyseprodukt, im vorliegenden Fall eine Chlorverbindung, mit einem Prüfröhrchen nachzuweisen, jedoch sind dem bekannten Stand der Technik keine Angaben zum Nachweis von Sulfurylfluorid zu entnehmen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung und ein Verfahren zum

5 mobilen und kostengünstigen Nachweis von Sulfurylfluorid anzugeben.

Die Lösung der Aufgabe für die Vorrichtung erfolgt mit den Merkmalen des Patent-  
anspruchs 1.

10 Die Lösung der Aufgabe für das Verfahren erfolgt mit den Merkmalen des  
Patentanspruchs 3.

Der Vorteil der Erfindung besteht im Wesentlichen darin, die Pyrolyse von  $\text{SO}_2\text{F}_2$   
mit einem mit einer Chemikalie gefüllten Röhrchen auszuführen, das als Vorröhr-  
15 chen anströmseitig eines handelsüblichen Prüfröhrchens zum Nachweis von  
Fluorwasserstoff angeordnet ist. Das Prüfröhrchen zum Nachweis von Fluor-  
wasserstoff kann beispielsweise von der Dräger Safety AG & Co. KGaA mit der  
Produktbezeichnung „HF 1,5/b-Röhrchen“ bezogen werden. Zweckmäßig ist es  
dabei, eine Skalierung direkt in Sulfurylfluorid vorzusehen, so dass eine  
20 Direktablesung möglich ist.

In dem Vorröhrchen befindet sich feinverteiltes, pyrophores Eisen, das sich durch  
seine große Oberfläche und durch Gitterfehler an der Luft spontan entzündet und  
dabei hohe Temperaturen von über 400 Grad Celsius erreicht. Pyrophores Eisen  
25 entsteht durch Zersetzung von Eisenoxalat, wobei, bezogen auf die eingesetzte  
Eigenoxalatmenge, ca. 25 % pyrophores Eisen entsteht und der Rest Eisenoxyd  
ist. Bei der Pyrolyse wird das pyrophore Eisen zu festem Eisenoxyd umgewandelt  
und Sulfurylfluorid wird in Fluorwasserstoff und Schwefeldioxyd aufgespalten.

30 Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteran-  
sprüchen.

In vorteilhafter Weise kann die Pyrolyse deutlich verbessert und damit die  
Nachweisgrenze von Sulfurylfluorid deutlich abgesenkt werden, indem dem

pyrophoren Eisen Eisenpulver oder Aluminiumpulver zugesetzt wird. Hierdurch  
5 entsteht mehr brennbares Material, und die Pyrolyse wird hinsichtlich des  
Nachweises kleiner Sulfurylfluorid-Konzentrationen optimiert.

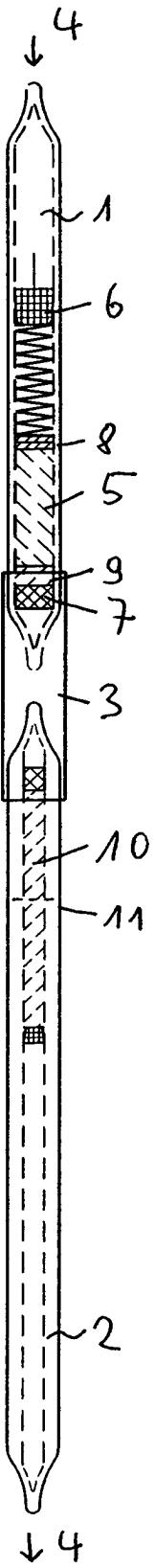
Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der Figur gezeigt und im Folgenden  
näher erläutert.

10

Die einzige Figur zeigt die erfindungsgemäße Vorrichtung mit einem Vorröhrchen  
1 und einem kolorimetrischen Prüfröhrchen 2 für Fluorwasserstoff, wie es von der  
Dräger Safety AG & Co. KGaA mit der Bezeichnung „Fluorwasserstoff 1,5 b,  
Sachnummer CH 30 301“, angeboten wird. Die Röhrchen 1, 2 sind durch einen  
15 Schlauch 3 miteinander verbunden, wobei die Durchströmungsrichtung durch  
Pfeile 4 veranschaulicht ist. Das Vorröhrchen 1 enthält eine Chemikalschicht 5  
zwischen zwei Halteelementen 6, 7 und zwei Quarzglas-Grießschichten 8, 9. Die  
Quarzglas-Grießschichten 8, 9 dienen dazu, ein Durchrieseln der Chemikalschicht  
5 durch die Halteelemente 6, 7 zu unterbinden. Bei der Chemikalschicht 5 werden  
20 Eisenoxalat und sehr feines Eisenpulver zusammengemischt. Nach dem Füllen  
wird die Chemikalschicht 5 im Vorröhrchen 1 auf über 400 Grad Celsius erhitzt.  
Dabei setzt sich Eisenoxalat zu pyrophorem Eisen und Eisenoxyd um. Durch den  
Zusatz von Eisenpulver wird der Eisenanteil, der bei der Probenahme mit  
25 Sauerstoff stark exotherm reagiert, erhöht. Pyrophores Eisen unterscheidet sich  
von normalem Eisenpulver durch Fehlstellen im Gitter. Diese Fehlstellen sorgen,  
zusammen mit der hohen Oberfläche des feinverteilten Eisens dafür, dass das  
Eisen mit Sauerstoff so stark reagiert, dass helle Rotglut entsteht. Beim  
Abbrennen des pyrophoren Eisens entstehen keine Verbrennungsgase. Das  
kolorimetrische Prüfröhrchen 2 enthält eine Anzeigeschicht 10 aus Zirkon-  
30 Chinalizarin und ist mit einer Skalierung 11 für die Fluorwasserstoffkonzentration  
versehen mit einem Messbereich von 1,5 ppm bis 15 ppm.

## Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Nachweis von Sulfurylfluorid, bei welcher die zu untersuchende Gasprobe einer Pyrolyse unterzogen wird, mit anschließendem  
5 Nachweis eines Pyrolyseproduktes, dadurch gekennzeichnet, dass  
  
zur Pyrolyse eine Chemikalschicht (5) aus pyrophorem Eisen vorgesehen ist  
und dass als Anzeigesystem für das Pyrolyseprodukt ein Prüfröhrchen (2) für  
Fluorwasserstoff vorhanden ist.  
10
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Chemikalschicht (5) zusätzlich Eisen- oder Aluminiumpulver enthält.
3. Verfahren zum Nachweis von Sulfuryfluord, bei welchem die zu untersuchende Gasprobe einer Pyrolyse unterzogen wird mit anschließendem  
15 Nachweis eines Pyrolyseproduktes, dadurch gekennzeichnet,  
  
die Pyrolyse mit einer Chemikalschicht (5) aus pyrophorem Eisen oberhalb  
von 400 Grad Celsius durchzuführen und  
20  
als Pyrolyseprodukt die Fluorwasserstoffs Konzentration mit einem kolorimetrischen Prüfröhrchen (2) nachzuweisen.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, der Chemikalschicht (5) Eisen- oder Aluminiumpulver zuzusetzen.
5. Verwendung eines Vorröhrchens (1) mit pyrophorem Eisen zur Pyrolyse einer zu untersuchenden Gasprobe in Kombination mit einem Prüfröhrchen (2) zum  
Nachweis von Fluorwasserstoff als Pyrolyseprodukt zur Bestimmung des  
30 Anteils von Sulfurylfluorid in einer Gasprobe.



## Zusammenfassung

### Vorrichtung und Verfahren zum Nachweis von Sulfurylfluorid

5

Eine Vorrichtung zum Nachweis von Sulfurylfluorid, bei welcher die zu untersuchende Gasprobe einer Pyrolyse unterzogen wird mit anschließendem Nachweis eines Pyrolyseproduktes, soll hinsichtlich eines mobilen und kostengünstigen Aufbaus verbessert werden. Zur Lösung der Aufgabe ist

10 vorgesehen, dass in einem Vorröhrchen (1) zur Pyrolyse eine Chemikalschicht (5) aus pyrophorem Eisen vorhanden ist und dass als Anzeigesystem für das Pyrolyseprodukt ein Prüfröhrchen (2) für Fluorwasserstoff dient. (Figur)

Zusammenfassung

